

Tema: Materiais com efeito de memória de forma

## EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS NAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE UM FIO DE NiTi SUPERELÁSTICO\*

*Isadora Maria Oliveira Anício Costa<sup>1</sup>  
Pedro Damas Resende<sup>1</sup>  
Ana Maria Gontijo Figueiredo<sup>2</sup>  
Maria Guiomar de Azevedo Bahia<sup>3</sup>  
Vicente Tadeu Lopes Bueno<sup>4</sup>*

### Resumo

Desenvolvimentos recentes no emprego de ligas NiTi superelásticas (SE) na confecção de instrumentos endodônticos rotatórios envolvem a aplicação de tratamentos térmicos nos instrumentos inicialmente produzidos a partir de ligas SE. Neste trabalho foi estudado o efeito de tratamentos térmicos e sua contribuição para a evolução das propriedades funcionais de um fio de NiTi SE. Os fios comerciais de NiTi, aproximadamente equiatômicos, foram ensaiados após o tratamento de recozimento por 1 hora, em temperaturas de 300°C a 500°C, e então temperados em água. A caracterização física do material foi realizada por calorimetria exploratória diferencial e as propriedades mecânicas foram obtidas em ensaios de tração e de recuperação de forma. Os resultados apontaram aumento nas temperaturas de transformação dos fios com o recozimento, o aparecimento da dupla transformação austenita - fase R - martensita B19' durante o resfriamento. Observou-se também diminuição do módulo de elasticidade aparente e aumento da deformação residual com o aumento da temperatura de recozimento, indicando, em concordância com a variação nas temperaturas de transformação, que o material passou a apresentar o efeito memória de forma.

**Palavras-chave:** Ligas NiTi; Tratamentos térmicos; Temperaturas de transformação.

### EFFECT OF HEAT TREATMENT ON PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF A SUPERELASTIC NiTi WIRE

#### Abstract

Recent developments in the use of superelastic (SE) NiTi alloys in the manufacture of rotary endodontic instruments involve the application of heat treatments to the instruments initially produced with SE alloys. In this work, the effect of thermal treatments and their contribution to the evolution of the functional properties of an SE NiTi wire was studied. Commercial NiTi wires, near equiatomic, were tested after annealing treatment for 1 hour at temperatures between 300°C and 500°C, and then quenched in water. The physical characterization of the material was performed by differential scanning calorimetry and the mechanical properties were obtained from tensile and shape recovery tests. The results showed an increase in the transformation temperatures of the wires after the annealing, the appearance of the double transformation austenite – R-phase – B19' martensite during cooling. A decrease in the apparent modulus of elasticity was also observed, together with an increase in the residual strain as the annealing temperature increased, indicating, in agreement with the increase in transformation temperatures, that the material began to exhibit the shape memory effect.

**Keywords:** NiTi alloys; Thermal treatments; Transformation temperatures.

<sup>1</sup> Graduando(a), Eng. Metalúrgica, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheira civil, doutora, Professor Associado, Departamento de Engenharia de Estruturas, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>3</sup> Odontóloga, doutora, Professor Associado, Departamento de Odontologia Restauradora, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>4</sup> Físico, doutor, Professor Associado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

As ligas com memória de forma - LMF, especialmente ligas NiTi, são materiais aplicados com sucesso em diversas áreas tecnológicas, como engenharia estrutural, medicina e odontologia, não só devido à alta resistência e ductilidade próprias das LMF, mas também por sua estabilidade mecânica, biocompatibilidade, funcionalidade e comportamento termomecânico superior às demais ligas inteligentes [1,2]. Quando submetidas a grandes deformações, tais ligas possuem a habilidade de recuperar a sua forma original, quando aquecidas (efeito memória de forma - EMF), ou apenas com a retirada da sollicitação mecânica (superelasticidade - SE). Ambas as propriedades estão relacionadas às transformações de fase adifusionais no estado sólido, martensítica e reversa.

A recuperação de forma nas ligas NiTi se dá, portanto, através da transformação martensítica reversa, da fase martensítica para a fase austenítica. Diferentemente dos metais convencionais, nos quais a deformação plástica envolve movimentos atômicos irreversíveis, as ligas NiTi respondem à tensão aplicada de forma distinta. Quando a liga é austenítica, a deformação pode ser acomodada pela transformação da austenita para martensita a temperaturas de deformação não muito elevadas e, no estado martensítico, a tensão causa movimento de contorno de variantes ou maclas, isto é, ocorre reorientação das variantes de martensita [3]. Após aquecimento, a martensita deformada retorna à fase austenítica original, promovendo a recuperação de forma.

A ocorrência do efeito memória de forma e do efeito superelástico depende essencialmente da temperatura de deformação em relação às temperaturas de transformação martensítica e reversa da liga. A temperatura de transformação martensítica é extremamente dependente da composição e da presença de elementos de liga, e pequenas alterações na estequiometria podem causar grandes mudanças nas características do material. O controle preciso da composição química é tecnicamente difícil na maioria dos casos [3]. A alternativa para o controle das temperaturas de transformação de fases, após a produção da liga, é o tratamento de envelhecimento.

As ligas NiTi são baseadas em um composto intermetálico aproximadamente equiatômico. A região de composição equiatômica do sistema NiTi no diagrama de equilíbrio de fases é delimitada pelas fases  $Ti_2Ni$  e  $TiNi_3$  (Figura 1). A fronteira com a fase  $Ti_2Ni$  é quase vertical, já na fronteira com o lado rico em Ni,  $TiNi_3$ , a solubilidade decresce consideravelmente com a diminuição da temperatura, tornando-se insignificante a cerca de 500°C. Existem outras três fases,  $Ti_3Ni_4$ ,  $Ti_2Ni_3$  e  $TiNi_3$ , que se formam de acordo com a temperatura e o tempo de envelhecimento da liga.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

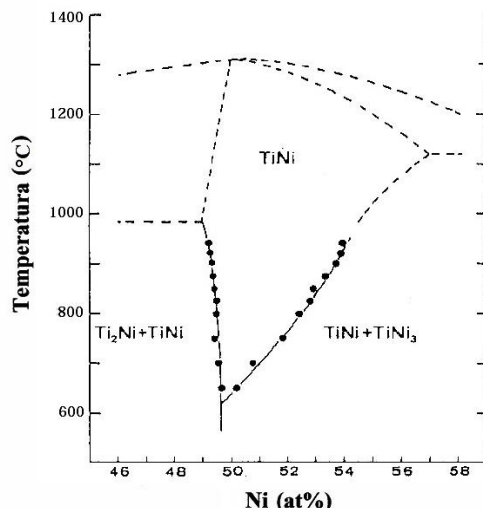


Figura 1. Detalhe do diagrama de equilíbrio de fases da liga NiTi [5].

Devido a competição entre os mecanismos de deformação associados à memória de forma e à deformação plástica durante o processo de deformação de LMF, em particular NiTi, os procedimentos que elevam a tensão de escoamento da liga favorecem o EMF e a SE. Em ligas com teores de níquel superiores a 50,5%at, o endurecimento por precipitação da fase metaestável  $Ti_3Ni_4$ , coerente com a matriz austenítica, ocorre com tratamentos térmicos a temperaturas entre 300°C e 500°C [4,5]. A precipitação de partículas com maiores teores de Ni reduz a concentração de níquel na matriz, provocando aumento das temperaturas de transformação.

Embora a fase  $Ti_3Ni_4$  seja considerada como uma fase metaestável em relação à fase de equilíbrio  $TiNi_3$ , sua precipitação é favorecida em tratamentos de envelhecimento realizados em temperaturas abaixo de 600°C. O diagrama TTT (tempo-temperatura-transformação) de uma liga NiTi com 52%at. de Ni descreve seu comportamento quando envelhecida em diferentes faixas de temperaturas e os precipitados  $Ti_3Ni_4$ ,  $Ti_2Ni_3$  e  $TiNi_3$ , se formam nas condições citadas (Figura 2).

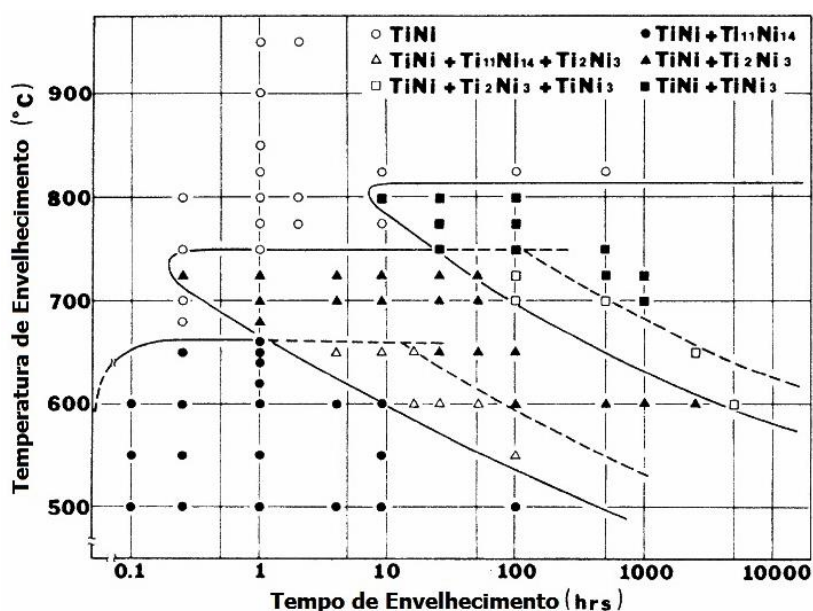


Figura 2. Curva TTT da liga Ti-52Ni (%at.) [5].

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

Neste trabalho foi estudada a influência de tratamentos térmicos e sua contribuição para a evolução das propriedades funcionais de fios de uma liga comercial NiTi superelástica, de composição aproximadamente equiatômica. As amostras foram submetidas ao tratamento de recozimento em diferentes temperaturas e em seguida, temperadas em água. Após o tratamento, ensaios de tração e recuperação de forma foram conduzidos para todas as condições de tratamento. Ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram realizados para a análise das mudanças nas temperaturas de transformação de fase, por meio das curvas de fluxo de calor em função da temperatura.

Desenvolvimentos recentes da tecnologia de fabricação de instrumentos endodônticos rotatórios envolvem a aplicação de tratamentos térmicos nos instrumentos inicialmente produzidos de ligas NiTi SE. Neste contexto, o presente estudo visa, portanto, melhor compreensão dos mecanismos de aperfeiçoamento das propriedades físicas e mecânicas das ligas NiTi, para o crescimento contínuo das aplicações tecnológicas do material.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Fios de 1 mm de diâmetro de uma liga NiTi superelástica à temperatura ambiente, fabricados pela *Nitinol Devices and Components* (Fremont, CA, EUA), foram tratados termicamente em atmosfera de argônio, entre as temperaturas de 300°C a 500°C, por uma hora e em seguida, temperados em água a temperatura ambiente.

A caracterização física, após os tratamentos de recozimento dos fios, foi realizada por calorimetria exploratória diferencial (DSC) em equipamento DSC 60 (Shimadzu, Kyoto, Japão). Foram ensaiadas três amostras de aproximadamente 20 mg cada, para cada temperatura de recozimento, no intervalo de temperaturas de -100°C a 100°C, a uma taxa de aquecimento/resfriamento de 10°C/min. As temperaturas de início e final das transformações martensítica e reversa do material foram determinadas a partir das curvas de aquecimento e resfriamento características através do método da interseção das tangentes aos picos de transformação e à linha base.

As propriedades mecânicas do material – módulo de elasticidade aparente ( $E$ ), tensão de início do patamar ( $\sigma_p$ ), limite de resistência ( $\sigma_R$ ), deformação total até a ruptura ( $\epsilon_f$ ) e deformação residual após a descarga de tensão ( $\epsilon_r$ ) – foram obtidas em ensaios de tração (Figura 3) e recuperação de forma (Figura 4), em uma máquina de ensaios Instron 5582 (Canton, MA, EUA). Foram ensaiadas amostras com 80 mm de comprimento útil, à temperatura ambiente e com velocidade de deformação de  $1,0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Os resultados foram calculados a partir da média de cinco ensaios até a ruptura do fio e de cinco ensaios de carga e descarga até a amplitude de deformação de 4%.

---

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

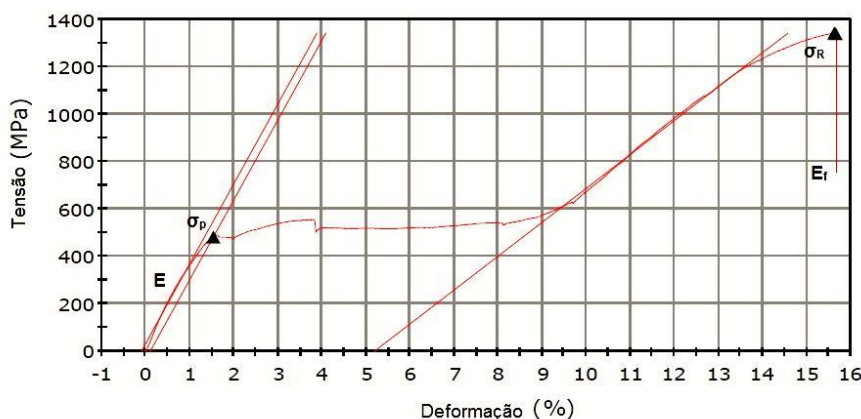


Figura 3. Curva obtida através do ensaio de tração de um dos fios de NiTi recozidos a 300°C.

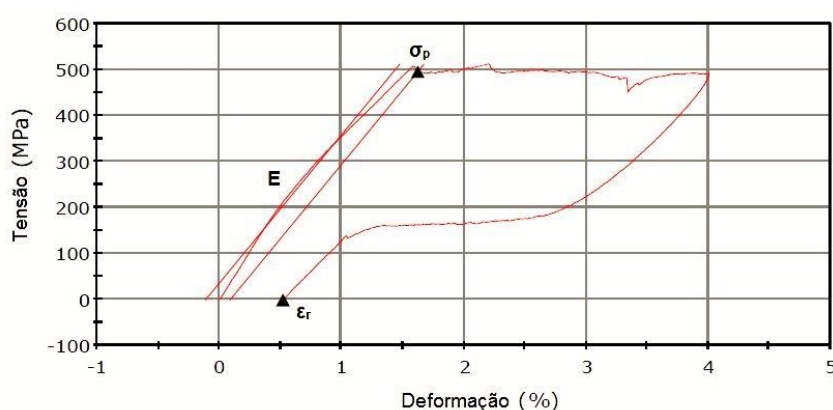


Figura 4. Curva obtida após o ensaio de carga e descarga até 4% de deformação de um dos fios de NiTi recozidos a 300°C.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Temperaturas de Transformação

As temperaturas de transformação martensítica ( $M_s$  e  $M_f$ ) e reversa ( $A_s$  e  $A_f$ ) atingidas em cada condição de recozimento, calculadas como a média dos valores obtidos a partir dos ensaios de calorimetria exploratória diferencial, estão apresentadas na Tabela 1. Exceto para a temperatura  $A_s$  após recozimento a 300°C e 350°C, as temperaturas de transformação variaram de maneira estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) com os tratamentos aplicados.

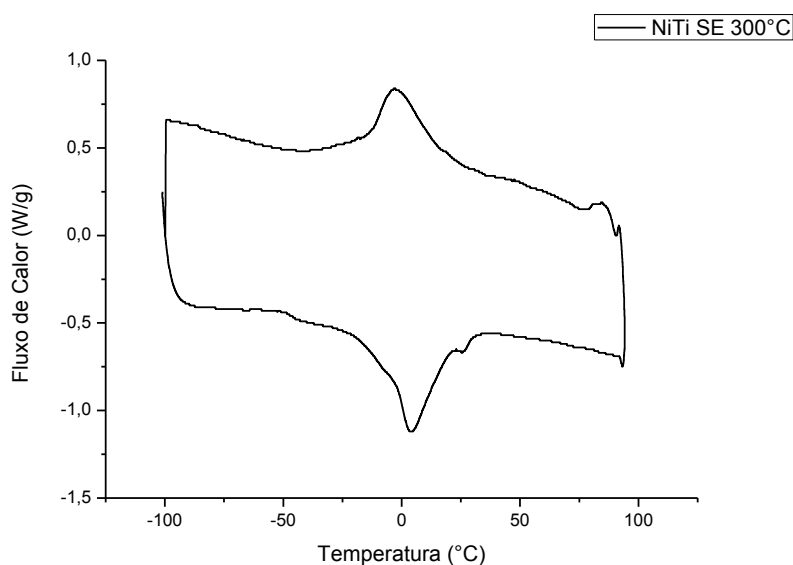
Tabela 1. Temperaturas de transformação martensítica e reversa, obtidas por DSC

Temperaturas de recozimento	$A_s$ (°C)	$A_f$ (°C)	$R_s$ (°C)	$R_f$ (°C)	$M_s$ (°C)	$M_f$ (°C)
Como recebida	-27,5 (1,8)	7,7 (1,7)	-	-	6,8 (1,8)	-35,9 (4,7)
300°C	-7,8 (0,8)	18,6 (0,5)	-	-	20,9 (2,4)	-15,9 (1,0)
350°C	-6,3 (0,9)	34,3 (0,3)	-	-	38,0 (0,6)	-13,7 (1,1)
400°C	13,2 (1,0)	47,5 (0,4)	-	-	42,5 (0,4)	31,1 (0,2)
450°C	19,8 (0,9)	42,1 (0,9)	32,2 (0,5)	25,5 (0,4)	-34,2 (0,8)	-69,7 (0,5)
500°C	20,0 (0,6)	39,4 (1,9)	22,0 (2,1)	13,1 (1,1)	-17,0 (0,4)	-37,5 (0,8)
Média (DP)						

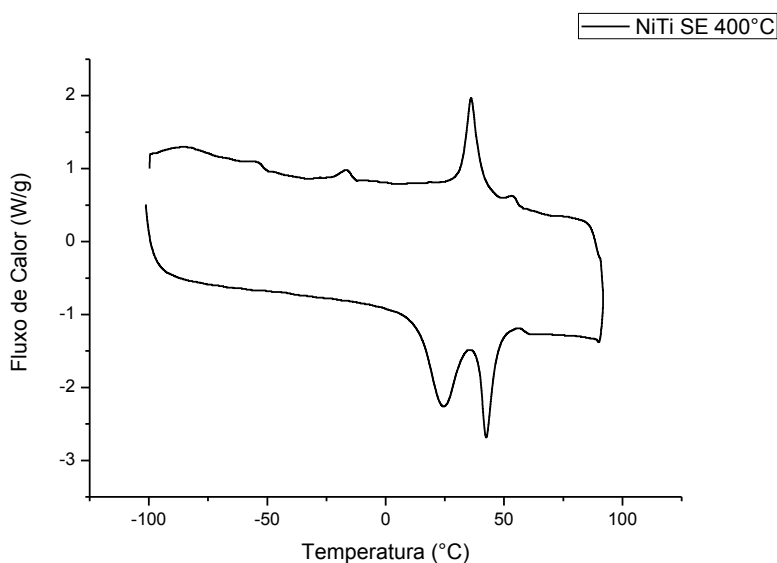
\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

Com o envelhecimento e possivelmente em consequência da precipitação de  $Ti_3Ni_4$  e de outros compostos ricos em Ni [5], as curvas DSC sofreram deslocamento para regiões de temperaturas mais altas, conforme pode ser verificado comparando as curvas de DSC mostradas nas figuras 5, 6 e 7.

A partir do recozimento a  $400^\circ C$ , curva de aquecimento apresenta picos duplos (Fig. 6), os quais podem ser atribuídos à precipitação heterogênea de compostos ricos em Ni. Nas regiões em que a precipitação foi maior, usualmente nos contornos de grão, o teor de Ni da matriz torna-se mais baixo do que no interior do grão e a temperatura de transformação diminui. Sendo assim, a transformação martensítica reversa ocorre em duas etapas: no interior dos grãos e, em seguida, em seus contornos, produzindo os dois picos observados na curva descrita [3].

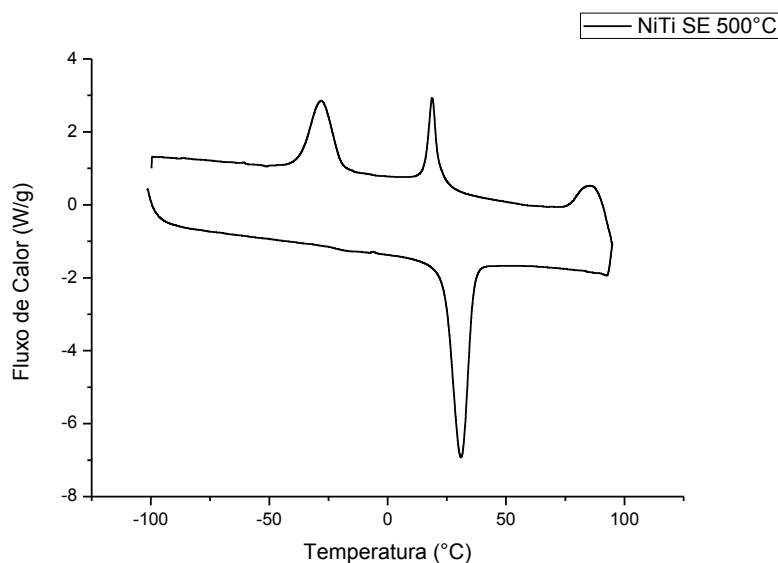


**Figura 5.** Curvas de DSC da liga NiTi envelhecida a  $300^\circ C$ .



**Figura 6.** Curvas de DSC da liga NiTi envelhecida a  $400^\circ C$ .

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



**Figura 7.** Curvas de DSC da liga NiTi envelhecida a 500°C.

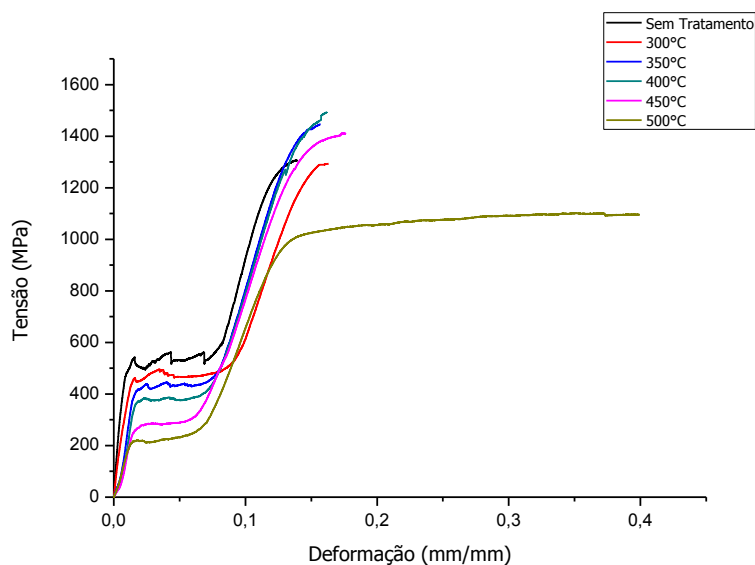
O aumento da temperatura de envelhecimento de 400°C para 450°C aumentou a difusividade atômica e acelerou a formação de precipitados que induzem a formação da fase R, representada por novos picos na curva de resfriamento dos ensaios DSC (Figura 7). O aparecimento de dois picos no resfriamento está possivelmente associada à ocorrência de dupla transformação: austenita (B2) para a fase R e desta para a martensita monoclinica B19' [3]. Os picos nas curvas de fluxo de calor tornam-se mais nítidos com o aumento da temperatura de envelhecimento para 500°C. Com a continuidade da diminuição dos teores de Ni na matriz devido à formação de precipitados, as temperaturas de transformação martensítica e austenítica aumentaram ainda mais.

## 3.2 Propriedades Mecânicas

### 3.2.1 Ensaio de tração

As curvas tensão-deformação ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) convencionais, resultantes dos ensaios de tração dos fios NiTi realizados à temperatura ambiente, estão mostradas na figura 8. As curvas das ligas tratadas apresentaram patamares de tensão, associados à reorientação de variantes de martensita B19' e fase R, além de transformação martensítica induzida pela aplicação de tensão.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



**Figura 8.** Curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  dos fios NiTi sem tratamento e envelhecidos a 300°C, 350°C, 400°C, 450°C e 500°C, por 1 hora.

A curvas de tração das ligas NiTi equiatômicas são caracterizadas por apresentar um patamar de escoamento descontínuo e bandas de Lüders, quando ensaiadas a baixas temperaturas. Segundo Otsuka e Wayman [5], a transformação da austenita em fase R produz alongamento de cerca de 0,8%, enquanto a transformação da fase austenítica em martensita B19' gera uma mudança de forma de aproximadamente 5%, incluindo a fase R. Com o aumento da tensão, a deformação por escorregamento inicia-se e a fratura ocorre com alongamento em torno de 15%. A tabela 2 apresenta os valores médios das propriedades mecânicas obtidas a partir das curvas  $\sigma$ - $\epsilon$ . Essas propriedades são o módulo de elasticidade aparente (E), a tensão de início do patamar ( $\sigma_p$ ), o limite de resistência ( $\sigma_R$ ) e a deformação total até a ruptura ( $\epsilon_f$ ). Os fios envelhecidos a 400°C, 450°C e 500°C redução estatisticamente significativa ( $p < 0,05$ ) nos valores médios de módulo de elasticidade e tensão de início de patamar em relação aos dos fios sem tratamento e tratados a 300°C e 350°C, indicando aumento da flexibilidade do fio, o que é importante em várias aplicações, tais como catéteres e limas endodônticas.

**Tabela 2.** Propriedades mecânicas dos fios de NiTi tratados termicamente em diferentes temperaturas e submetidos à tração até a ruptura

Temperaturas de recozimento	E (GPa)	$\sigma_p$ (MPa)	$\sigma_R$ (MPa)	$E_f$ (%)
Como recebida	56,6 (5,3)	502,7 (38,8)	1307,2 (18,9)	13,9 (1,0)
300°C	33,6 (1,1)	456,8 (25,1)	1311,7 (26,5)	16,0 (0,2)
350°C	34,0 (1,5)	410,9 (10,4)	1427,3 (31,7)	14,9 (0,7)
400°C	24,4 (0,9)	219,1 (8,4)	1489,0 (28,0)	15,5 (1,9)
450°C	24,6 (3,6)	264,0 (11,6)	1393,1 (0,6)	16,8 (0,5)
500°C	20,2 (1,2)	215,2 (11,2)	1100,9 (6,9)	35,9 (3,5)

Média (DP)

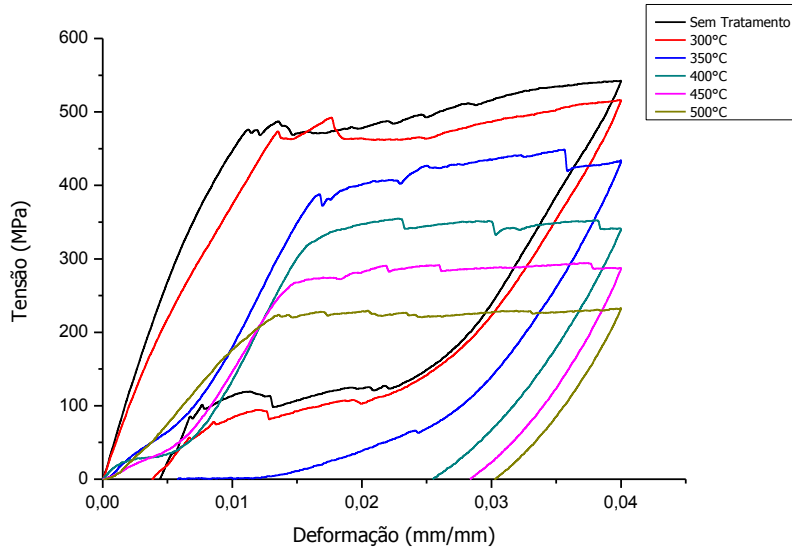
Com o envelhecimento a 500°C, as os fios ensaiados apresentaram alongamento médio de 36% até a ruptura, enquanto o alongamento das amostras ensaiadas nas demais condições se manteve na faixa de 14% a 17%. Verifica-se também que o limite de resistência, que havia se mantido aproximadamente constante no recozimento, diminuiu apreciavelmente após o tratamento a 500°C.

\* Contribuição técnica ao 69<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14<sup>o</sup> ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



### 3.2.2 Ensaios de recuperação de forma

A capacidade dos fios de NiTi SE recuperarem a forma foi medida através de ensaios de carga e descarga sob tração até a deformação de 4%, para cada temperatura de envelhecimento. As curvas médias obtidas são mostradas na Figura 9.



**Figura 9.** Curvas médias dos ensaios de recuperação de forma da liga NiTi em diferentes temperaturas de envelhecimento.

As propriedades relativas aos ensaios de carga e descarga dos fios recozidos são o módulo de elasticidade aparente ( $E$ ), a tensão de início do patamar ( $\sigma_p$ ) e a deformação residual após a descarga de tensão ( $\epsilon_r$ ). Os valores médios dessas propriedades para os fios como recebido e após os tratamentos de recozimento são mostrados na Tabela 3.

**Tabela 3.** Propriedades mecânicas dos fios de NiTi tratados termicamente em diferentes temperaturas e submetidos aos ensaios de carga e descarga até 4% de deformação

Temperaturas de recozimento	$E$ (GPa)	$\sigma_p$ (MPa)	$\epsilon_r$ (%)
Como recebida	45,0 (2,2)	490,4 (30,8)	0,4 (0,0)
300°C	33,3 (1,5)	490,3 (18,3)	0,4 (0,1)
350°C	30,7 (1,7)	406,5 (3,2)	1,2 (0,4)
400°C	30,6 (1,4)	334,0 (1,7)	2,5 (0,01)
450°C	25,0 (1,6)	273,9 (3,1)	2,8 (0,04)
500°C	20,2 (0,8)	213,0 (16,9)	3,0 (0,03)

Média (DP)

Assim como nos ensaios de tração até a ruptura, os fios envelhecidos a partir de 400°C apresentaram clara redução do módulo de elasticidade e tensão de início de patamar, em comparação com os valores obtidos nas amostras sem tratamento e envelhecidas a 300°C e 350°C. A redução do módulo de elasticidade aparente está provavelmente associada à precipitação de  $Ti_3Ni_4$  durante o recozimento, que levaria à formação da fase R induzida por tensão durante o carregamento mecânico do fio [6]. A diminuição da inclinação da curva seria, portanto, a combinação do patamar de transformação B2 – fase R, com o módulo de elasticidade mais baixo desta fase.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

A deformação residual média do fio no estado como recebido foi de cerca de 0,4% e se manteve praticamente inalterada após o recozimento a 300°C. Temperaturas de recozimento mais elevadas provocaram gradativa diminuição nesse parâmetro, indicando uma mudança no comportamento superelástico da liga. Após recozimento em temperaturas mais elevadas, 400°C e 500°C, a deformação residual se torna considerável, associada ao fato de que o material se tornou martensítico à temperatura ambiente, conforme indicam as temperaturas de transformação (Tabela 1).

#### 4 CONCLUSÃO

Os tratamentos térmicos no intervalo de 300°C a 500°C, aplicados ao fio de NiTi de procedência comercial promoveram, no material inicialmente no estado superelástico, aumento nas temperaturas de transformação. Verificou-se também o aparecimento da dupla transformação austenita - fase R - martensita B19' durante o resfriamento, acompanhado de diminuição do módulo de elasticidade aparente, que pode ser associado à ocorrência de formação da fase R sob aplicação de tensão. A deformação residual aumentou com o aumento da temperatura de recozimento, indicando, em concordância com a variação nas temperaturas de transformação, que o material passou a apresentar o efeito memória de forma.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – FAPEMIG e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, pelo apoio financeiro. Aos professores Berenice M. Gonzalez e Leandro A. Santos, do Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG, pelo apoio na realização dos ensaios de tração.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Hodgson DE, Wu MH, Biermann RJ. Shape memory alloys. ASM Handbook: ASM International. 1990: 897-902.
- 2 Huang W. On the selection of shape memory alloys for actuators. Materials & Design 2002; 23: 11-19.
- 3 Otsuka K, Ren X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. Progress in Materials Science. 2005; 50:511-678.
- 4 Figueiredo AMG, Modenesi PJ, Buono VTL. Low-cycle fatigue life of superelastic NiTi wires. International Journal of Fatigue. 2009; 31: 751-758.
- 5 Saburi T. Ti-Ni Shape memory alloys, in Otsuka K, Wayman CM. Shape Memory Materials. United Kingdom: Cambridge University Press. 1998; 49-96.
- 6 Pereira ESJ, Peixoto IFC, Viana ACD, Oliveira II, Gonzalez BM, Buono VTL, Bahia MGA. Physical and mechanical properties of a thermomechanically treated NiTi wire used in the manufacture of rotary endodontic instruments. International Endodontic Journal. 2012; 45: 469-474.

---

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.